

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 953.5—2014

火法冶炼镍基体料化学分析方法 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法

Methods for chemical analysis of fire smelting nickel substrate material—
Part 5: Determination of manganese content—
Potassium periodate spectrophotometric method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
火法冶炼镍基体料化学分析方法
第5部分:锰量的测定
高碘酸钾分光光度法
YS/T 953.5—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2015年3月第一版

*

书号:155066·2-28356

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 953《火法冶炼镍基体料化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和丁二酮肟重量法；
- 第 2 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：磷量的测定 钼磷钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 6 部分：钴量的测定 5-Cl-PADAB 分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铜量的测定 双环己酮草酰二脒分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 9 部分：碳、硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镍、铬、锰、钴、铜、磷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铅、砷、镉、汞量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 953 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中宝滨海镍业有限公司。

本部分起草单位：山西太钢不锈钢股份有限公司、广州市工业技术研究院(广州有色金属研究院)。

本部分参与起草单位：中宝滨海镍业有限公司、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人：刘爱坤、戴学谦、曹吉祥、戴凤英、谢辉、叶志飞、周建男、白艳茹、刘宪彬、郑津津、胡建春、杨萍、陈云红。

火法冶炼镍基体料化学分析方法

第5部分:锰量的测定

高碘酸钾分光光度法

1 范围

YS/T 953 的本部分规定了高碘酸钾分光光度法测定火法冶炼镍基体料中锰量。本部分适用于火法冶炼镍基体料中锰量的测定。测定范围为 0.010%~2.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 20066—2006 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法提要

试料以盐硝混合酸溶解。在高氯酸、磷酸介质中,用高碘酸钾将锰氧化至七价的紫红色高锰酸,于分光光度计 530 nm 波长处测量其吸光度,计算锰量。

4 试剂

除另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或与其纯度相当的水。

4.1 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

4.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.4 磷酸-高氯酸混合酸(3+1):三份磷酸($\rho=1.69$ g/mL)和一份高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)混匀。

4.5 高碘酸钾溶液(5%):称取 5.00 g 高碘酸钾,置于 250 mL 烧杯中,加 60 mL 水,20 mL 硝酸(4.2),温热溶解后,冷却,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.6 亚硝酸钠溶液(1%)。

4.7 锰标准溶液。

4.7.1 锰标准贮存溶液(500 $\mu\text{g/mL}$):称取 0.500 0 g 电解锰($w_{\text{Mn}}\geq 99.9\%$)(电解锰需预先放在硫酸(5+95)中清洗,待表面氧化锰洗净后,取出,立即用蒸馏水反复洗净,再放在无水乙醇中洗 4 次~5 次,取出放在干燥器中干燥后方可使用),置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 水,10 mL 硝酸(4.2),加热溶解,煮沸驱尽氮氧化物,取下冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.7.2 锰标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):移取 20.00 mL 锰标准溶液(4.7.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 硝酸(4.2),用水稀释至刻度,混匀。

4.8 不含还原物质的水:将去离子水(或蒸馏水)加热煮沸,每升用 10 mL 硫酸(1+3)酸化,加几粒高碘酸钾,继续煮沸几分钟,冷却后使用。